



4/9/2

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

011941156

WPI Acc No: 1998-358066/ 199831

XRAM Acc No: C98-110547

Flame retardant woven fabric - comprises fibre containing halogen and cellulose fibre based on the fabric

Patent Assignee: KANEKA CORP (KANF)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

| Patent No | Kind | Date | Applicat No | Kind | Date | Week |
|-------------|------|----------|-------------|------|----------|--------|
| JP 10140478 | A | 19980526 | JP 96293977 | A | 19961106 | 199831 |

Priority Applications (No Type Date): JP 96293977 A 19961106

Patent Details:

| Patent No | Kind | Lan Pg | Main IPC | Filing Notes |
|-------------|------|--------|-------------|--------------|
| JP 10140478 | A | 7 | D06M-015/37 | |

Abstract (Basic): JP 10140478 A

The fabric comprises 30-70 wt.% of a fibre containing halogen and 70-30 wt.% of a cellulose fibre based on the fabric. The fibre contains 6-50 wt.% of a Sb-compound based on the fibre. Amount of Sb-compound is more than 3 wt.% based on the fabric. Shrinkage of the fabric after 50 times washing at 60-95 deg. C is less than 3 wt.%.

ADVANTAGE - The fabric has superior flame retardance not deteriorating by repeated hot washings, and feel, appearance, etc..

Dwg.0/0

Title Terms: FLAME; RETARD; WOVEN; FABRIC; COMPRISE; FIBRE; CONTAIN;

HALOGEN; CELLULOSE; FIBRE; BASED; FABRIC

Derwent Class: A11; A14; A87; F06

International Patent Class (Main): D06M-015/37

International Patent Class (Additional): D01F-006/40; D03D-015/00;
D03D-015/12; D06M-015/564

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): A03-A05A; A04-D03B; A04-E01; A08-F02; A12-S05F;
F01-D02; F01-D06; F01-D08; F02-A03; F03-C03B; F03-C03C

Polymer Indexing (PS):

<01>

001 018; R01852-R G3634 D01 D03 D11 D10 D23 D22 D31 D42 D50 D76 D86 F24
F29 F26 F34 H0293 P0599 G3623; R24078 R01852 G3634 G3623 D01 D03
D11 D10 D23 D22 D31 D42 D50 D76 D86 F24 F29 F26 F34 H0293 P0599;
S9999 S1161-R S1070

002 018; H0022 H0011; R00817 G0475 G0260 G0022 D01 D12 D10 D26 D51 D53
D58 D83 F12; G0022-R D01 D51 D53 7A-R; S9999 S1070-R; P0088

003 018; H0033 H0011; R00817 G0475 G0260 G0022 D01 D12 D10 D26 D51 D53
D58 D83 F12; G0022-R D01 D51 D53 7A-R; G0022-R D01 D51 D53 F61;
S9999 S1070-R; P0088

004 018; ND09; B9999 B4239; K9927; B9999 B5550 B5505; B9999 B3770 B3758
B3747; K9574 K9483

005 018; Sb 5A; A999 A248-R

<02>

001 018; G3689 G3678 G3634 D01 D03 D11 D10 D23 D22 D42 D76 F24 F34
H0293 P0599 G3623

002 018; ND01; Q9999 Q7114-R; Q9999 Q7216 Q7114; K9518 K9483; K9574
K9483

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-140478

(43)公開日 平成10年(1998)5月26日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

D 0 6 M 15/37

D 0 6 M 15/37

D 0 1 F 6/40

D 0 1 F 6/40

D 0 3 D 15/00

D 0 3 D 15/00

E

15/12

15/12

Z

D 0 6 M 15/564

D 0 6 M 15/564

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 7 頁)

(21)出願番号

特願平8-293977

(71)出願人 000000941

鐘淵化学工業株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号

(22)出願日

平成8年(1996)11月6日

(72)発明者 吉田 明夫

大阪府大阪市生野区巽西1-1-18 エル
グリーンたつみ1406

(72)発明者 久保 勇治

兵庫県加古川市別府町中島町15

(74)代理人 弁理士 柳野 隆生

(54)【発明の名称】 難燃性織物およびその製造法

(57)【要約】

【課題】 繰り返し高温洗濯で難燃性を損なうことなく、風合、外観の変化も極めて少なく収縮率も低く、難燃性作業服の用途に好適に使用しうる織物を提供する。

【解決手段】 S b化合物を6~50重量%含有するハロゲン含有織維30~70重量%とコットン70~30重量%との複合糸で構成され全織物重量中に3重量%以上のS b化合物を含有する織物を、N-メチロール繊維素反応型樹脂で処理した後、機械的防縮加工を施した、60~95°Cでの水洗い50回洗濯後の洗濯収縮率が3%以下である難燃性織物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Sb化合物を6～50重量%含有するハロゲン含有繊維30～70重量%とセルロース系繊維70～30重量%で構成される織物であって、全織物重量中に3重量%以上のSb化合物を含有してなり、60～95℃での水洗い50回洗濯後の洗濯収縮率が3%以下である難燃性織物。

【請求項2】 前記ハロゲン含有繊維とセルロース系繊維との複合糸から構成された請求項1記載の難燃性織物。

【請求項3】 前記ハロゲン含有繊維が、アクリロニトリル40～70重量%、ハロゲン含有ビニル系単量体60～30重量%、およびスルホン酸基を含有する単量体0～3重量%よりなる共重合体と、Sb化合物とから構成されてなる請求項1または請求項2記載の難燃性織物。

【請求項4】 前記セルロース系繊維が、コットンである請求項1または請求項2記載の難燃性織物。

【請求項5】 前記織物に柔軟剤を付与した請求項1～請求項4のいずれかに記載の難燃性織物。

【請求項6】 Sb化合物を6～50重量%含有するハロゲン含有繊維30～70%とセルロース系繊維70～30%で構成される織物を、N-メチロール繊維素反応型樹脂で処理した後、機械的防縮加工を施すことを特徴とする難燃性織物の製造法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、60～95℃での高温水洗いの繰り返し洗濯時の防縮性に優れ、かつ、洗濯後も風合、外観を損なわず難燃性を有する織物およびその製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】 易燃性繊維であるコットンに耐久性のある難燃性を付与する方法として、一般的にはプロパン加工や、ビロバテックス加工が後加工で実施されるが、繰り返し高温洗濯により、織物収縮が大きく、外観的に退色、パッカリングが激しく、風合もより一層硬化し、また、後加工故に難燃性低下の危険性を常に抱えており、高温洗濯における耐久性が低いのが欠点である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 そこで、本発明は、繰り返し高温洗濯で、難燃性を損なうことなく、また、風合、外観の変化も極めて少なく、しかも収縮率の低い織物を提供せんとするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 コットンは洗濯時に水で膨潤して織物で収縮しやすい。一方、合成繊維の一種であるハロゲン含有繊維は、水で膨潤して織物が縮む、といったことは殆どない。従って、コットンとハロゲン含有繊維を組み合わせた織物は、コットン100%繊維で

構成される織物と比べて当然水洗い洗濯収縮に優れる。しかし、コットンの割合が増すと、その分、洗濯収縮が大きくなる。より洗濯収縮率を低くするには、コットン自体の膨潤による収縮を防ぐ必要がある。

【0005】 本発明は、Sb化合物を6～50重量%含有するハロゲン含有繊維30～70重量%とセルロース系繊維70～30重量%で構成される織物に、難燃剤として、形成された全織物重量中に3重量%以上のSb化合物を含有させることで、60～95℃での高温水洗い

50回洗濯後の洗濯収縮率が3%以下で、洗濯後も難燃性が低下しない難燃性織物とした。この織物は、前記難燃剤を含有するハロゲン含有繊維とセルロース系繊維とを複合した糸から構成することができる。

【0006】 さらに、本発明では、前記難燃剤を含有するハロゲン含有繊維とセルロース系繊維とを複合した糸からなる織物に、N-メチロール繊維素反応型樹脂と柔軟剤を付与し、乾燥熱処理し、その後、サンフォライズ加工、カムヒット加工などの機械的紡縮加工を施すことによって、高温洗濯により難燃性を失うことなく、防縮性に優れ、外観変化（褪色、パッカリング）、風合変化の少ない織物を完成するに至った。

【0007】

【発明の実施の形態】 本発明において、ハロゲン含有繊維とは、モダクリル繊維およびポリクラール繊維が含まれ、さらに、難燃剤として、形成された全織物重量中に3重量%以上のSb化合物を含有してなる。したがつて、織物中にハロゲン含有繊維が50重量%を占める場合、ハロゲン含有繊維中には、難燃剤が6重量%以上含有されていることが必要となる。

【0008】 本発明において、ハロゲン含有繊維はアクリロニトリル40～70重量%、ハロゲン含有ビニル系単量体60～30重量%、およびスルホン酸基を含有する単量体0～3重量%よりなる共重合体で構成されることが好適である。アクリロニトリルが40重量%未満では織物の耐熱性が十分でなく、アクリロニトリルが70重量%を超えると難燃性に十分の効果が得られない。

【0009】 前記ハロゲン含有ビニル系単量体としては、塩化ビニル、塩化ビニリデン、臭化ビニルなどが挙げられ、これらの1種または2種以上が用いられる。ハロゲン含有ビニル系単量体が30重量%未満では難燃性に十分な効果が得られず、ハロゲン含有ビニル系単量体が60重量%を超えると織物の耐熱性が十分でない。

【0010】 さらに、前記スルホン酸基を含有する単量体としては、メタクリルスルホン酸、アリルスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、および、それらの塩（例えはナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩など）が挙げられる。スルホン酸基を含有する単量体は必要に応じて使用されるが、3重量%を超えると紡糸性が低下する。

【0011】本発明において、全織物中に難燃剤としてSb化合物が3重量%以上含有されていることが必要であるが、このSb化合物としては、酸化アンチモンが好適である。酸化アンチモンとしては三酸化アンチモン、五酸化アンチモンなどが挙げられる。これらの酸化アンチモンが織物中で3重量%未満では難燃性への効果が十分でない。織物全重量中に酸化アンチモンを3重量%以上含有させるためには、ハロゲン含有繊維中に、繊維を構成する重合体に対して6～50重量部の酸化アンチモンを予め含有させておくことが望ましい。6重量部未満では難燃性が十分ではなく、50重量部を超えるとハロゲン含有繊維の製造工程での問題（例えばノズルの閉塞、昇圧）、さらには繊維物性の著しい低下が生じてくる。

【0012】上記のように、難燃剤としては酸化アンチモンが好適であるが、もちろん、酸化アンチモンとそれ以外の難燃剤を併用しても差し支えない。酸化アンチモン以外の難燃剤としては、有機臭素系化合物、錫、ジルコニウム、アルミニウムなどの酸化物、または水酸化物などが挙げられる。

【0013】本発明においてセルロース系繊維とは、コットン、麻などの天然繊維、レーヨンなどの再生繊維が挙げられる。これらのセルロース系繊維は、合成繊維との混紡、交撚、交織等の形で複合された物であってよく、また、織組織、密度、糸番手、などは用途に応じて設定できる。

【0014】本発明では、前記難燃剤を含有するハロゲン含有繊維とセルロース系繊維とを複合した糸からなる織物に、N-メチロール繊維素反応型樹脂と柔軟剤を付与することが好ましい。前記N-メチロール繊維素反応型樹脂としては、ジメチルエチレン尿素、ジメチロールエチレン尿素、ジメチロールアルキルトリアジン、メチル化ジメチロールウロン、ヘキサメチロールメラミン、ジメチロールプロピレン尿素、ジメチロールジヒドロキシエチレン尿素、テトラメチロールアセチレン尿素、4-メトキシ-5-ジメチルプロピレン尿素を挙げることが出来る。衣料用としては、低ホルムアルデヒドであるジメチロールヒドロキシエチレン尿素が好ましい。この場合に使用する触媒としては、有機アミン塩系、金属塩系、複合金属塩系等があり、特に、金属塩系の塩化マグネシウムが望ましい。また、上記の樹脂加工剤だけでは、加工後の織物の引裂強力が低下する場合、風合調整を兼ねて、シリコーン柔軟剤、ビリジニウム系カチオン活性剤、ポリエチレン系樹脂を併用することが好ましい。

【0015】上記のN-メチロール繊維素反応型樹脂等を織物に付与するには、通常のパッティング法、又はデッピング法により樹脂液を含浸する。普通は2dip-2nip方式が用いられる。樹脂の含浸は、樹脂浴のN-メチロール繊維素反応型樹脂を濃度が30～100

g/Lの水溶液に調整し、樹脂液含浸後の絞り率が60～90%になるようにする。前記N-メチロール系繊維素反応型樹脂の織物への付着量が少ないと防縮効果が低く、また逆に付着量が多いと防縮効果は高まるが、引裂強度、摩耗性が低下する。樹脂液の含浸後、80～120°Cで2～5分間乾燥した後に、130～180°Cにて1～3分間の熱処理（ベーキング）を行うことにより、N-メチロール系繊維素反応型樹脂をセルロース系繊維と架橋反応させる。なお、この時、織物の耳に皺が発生しない程度に反物をオーバーフィードさせることも防縮には有効である。その後、必要に応じて、未反応樹脂の除去、酸性触媒の中和を目的に、ソーピング、水洗、乾燥をする。

【0016】最後に、加工工程中の経方向のひずみを取ることと風合調整の目的で機械的防縮加工を実施する。機械としては、サンフォライスジング機、カムヒット機（上野山鉄工製）などを用いる。カムヒット機の場合、加熱ローラ温度は90～115°Cで、望ましくは105°Cである。織物の設定送り込み量（ゴム圧縮率）20は、織組織、織物目付、厚みで変わるが、一般的に5～30%である。部厚なフェルトプランケットもしくはゴムベルトの内外周差を利用して経方向に押し縮め、加熱シリンダーのアイロン効果によってセットさせる。

【0017】

【実施例】以下、実施例により本発明を詳述するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。尚、実施例の記載に先立ち、実施例における特性値の測定法を以下に示す。

【0018】難燃性

30 衣料、特に作業服分野で実施されている、下記表1に示す各国の試験で評価した。

【0019】

【表1】

表1 難燃性試験

| 国 | 試験方法 | 接炎時間 |
|------|---------------|---------|
| アメリカ | FTMS191-5903 | 12秒 |
| 英國 | BS 5438Part-2 | 10秒 |
| ドイツ | DIN 54336 | 3秒, 15秒 |

40 炭化長、残炎時間、残焼時間の測定をした。

【0020】引張強力

JIS L1096のA法（ストリップ法）に基づき、幅5cmの試験片を、つかみ間隔20cm、引張速度20cm/分で引張り、切断時の引張り強さ(kgf)を経、緯方向にそれぞれ測定した。

【0021】引裂強力

JIS L1096のベンジュラム法に基づき、経、緯方向における引き裂くときに示す最大荷重を測定した。

【0022】洗濯収縮率

50 下記表2に示す各国の試験で評価した。

【0023】

* * 【表2】

表2 洗濯収縮率の測定

| 国 | 試験方法 | 洗濯温度 ℃ | 乾燥方法 | 洗濯回数 (回) |
|------|--------------------|-----------|---------|------------------|
| 日本 | JIS L1042(R-3) | 95 | タングラー乾燥 | 1, 5, 10, 20, 50 |
| アメリカ | AATCC 135(3-V-A-3) | 60 | タングラー乾燥 | 1, 50 |
| ドイツ | DIN 53920 | 93 | タングラー乾燥 | 1, 5 |

【0024】縫製品の実用工業洗濯試験

作業服上着縫製品について、下記の要領で実用工業洗濯 10 (3) 洗濯条件 下記表3のとおり。

試験をした。

(1) 洗濯機 ワッシャ東都電機株式会社製 タイプ W 【表3】

1-160 ※

表3 実用工業洗濯試験の条件

| | | |
|------|-------------------------------------|---|
| 水洗い | 容積 浴比 洗剤 PH 温度×時間 回数 | 60リットル 1:5と1:8 メタ珪酸ソーダ 合成洗剤 11.5 90°C×20分 35回 |
| すすぎ | 浴比 温度×時間 回数 | 1:8 60°C×5分 3回 |
| 遠心脱水 | 時間 | 3分 |
| 乾燥 | 温度 乾燥時間 蒸気 立体仕上 | 120°C 10分 1分 3.3分 |

洗濯後の収縮率測定と、未洗濯品と外観、風合を定性比較評価した。

【0026】〔実施例1〕アクリロニトリル(AN) 50.1重量%、塩化ビニル(VC) 47.2重量%、スチレンスルфон酸ソーダ(SSS) 2.7重量%を使用して重合を行い、続いてこの樹脂をアセトンに溶解し、3酸化アンチモン(Sb₂O₃) 20重量%を添加して紡糸した。得られた単糸織度2d(デニール)のトウを38mにカットした後、このものを55重量%、コットンを45重量%混紡したものを通常の綿紡績で紡績及び撚糸後、24/2、30/2(E.C.C)の紡績

糸を作成した。この紡績糸を経糸、緯糸に使用して3種類の織物を作成した。その後、毛焼、精練漂白、反染(カチオン染料/反応染料使用の2浴染)、樹脂加工、セット、カムヒット加工を実施した。この時の加工条件を表4に、また、仕上がった織物の評価を表5、表6に示す。

【0027】

【表4】

表4 加工条件

| | | | |
|--------|----------------|--|---|
| ①毛焼 | 設備 条件 | 毛焼機 回数 布速度 | ガス直火方式 表1回、裏1回 100m/分 |
| ②糊抜 | 処方 条件 | 酸素 浸透剤 | 2~5g/L 1~3g/L 100°C × 5分 |
| ③精練漂白 | 設備 処方 条件 | コールドバッチ 過酸化水素(35%) 苛性ソーダ(フレーク) 珪酸ソーダ 安定剤 浸透剤 精練キレート剤 ピックアップ 常温(25°C) × 20~24時間 | 9.0g/L 2.5g/L 8g/L 1.0g/L 2g/L 8g/L 80% 常温(25°C) × 20~24時間 |
| ④シルケット | 設備 処方 条件 | クリップ式 苛性ソーダ 濃度 常温 × 30~40秒 洗浄 ↓ 中和 ↓ 湯洗い、水洗い ↓ 乾燥 | 18~24°Be オーブンソーバー使用 |
| ⑤反染 | 設備 染色 | 液流染色機 | ハロゲン含有繊維をまずカチオン染料で染色し、別浴でコットンを反応染色で染色した。 ソーピング後、乾燥する。 |
| ⑥樹脂加工 | 処方 | Fixapret CPJ (BASF) Condensol M (BASF) SiLigen VN (BASF) 酢酸(60%) ピックアップ | クリオゲル系樹脂 50g/L 触媒 20g/L PEマルション 20g/L pH調整(pH=3~4) 0.3g/L 70% |
| ⑦乾燥 | 条件 | 100°C × 2分 | |
| ⑧キュア | 条件 | 155°C × 2分 | |
| ⑨防縮加工 | 設備 条件 | カムヒット機 ローラ温度 ゴム圧縮率 布速 | 105°C 15~20% 10~20m/分 |

【0028】

【表5】

表5 ハロゲン含有繊維(b) 55% /コットン45%の織物 性能表

| 織規格 | | 24/2×24/2 80×59 | 24/2×24/2 80×65 | 30/2×30/2 80×60 |
|----------------------------------|-------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| 織組織 目付 g/m ² | | 2/1 Twill 309 NAVY | 2/2 Twill 321 NAVY | 2/1 Twill 243 NAVY |
| 引張強力 (Kgf) (JIS L1096 ストラット) | 経緯 | 75.1 61.7 | 75.5 59.6 | 57.0 41.5 |
| 引裂強力 (Kgf) (JIS L1096 パンチュラム) | 経緯 | 3.2 2.2 | 3.1 2.4 | 2.4 2.0 |
| 洗濯率 % | JIS L1042 (95°C) W=1 | 0.5 2.4 | 0.7 1.7 | 1.5 1.0 |
| | W=5 | 0.7 2.5 | 1.0 2.8 | 2.0 2.3 |
| | W=10 | 1.2 2.6 | — | — |
| | W=20 | 2.3 2.6 | — | — |
| | W=50 | 2.5 2.5 | — | — |
| | AATCC 135 (60°C) W=1 | -0.8 -1.3 | -1.0 -1.5 | -0.8 -0.9 |
| | W=50 | -1.1 -1.9 | -1.1 -1.2 | -1.2 -1.2 |
| DIN 53920 (93°C) | 経緯 W=1 | -0.1 -1.6 | -0.2 -1.8 | -0.8 -2.0 |
| | W=5 | -0.5 -1.9 | -0.1 -1.9 | -1.2 -1.8 |

注： AATCC とDIN の収縮率においては、マイナスが収縮を表わす。

【0029】

* * 【表6】

表6 ハロゲン含有繊維(b) 55% /コットン45%の織物 性能表

| 織規格 | | 24/2×24/2 80×59 | 24/2×24/2 80×65 | 30/2×30/2 80×60 |
|----------------------------|--|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| 織組織 目付 g/m ² | | 2/1 Twill 309 NAVY | 2/2 Twill 321 NAVY | 2/1 Twill 243 NAVY |
| 難燃試験 | FTMS191-5903 炭化長 残炎時間 秒 | 4.5 0 | 4.4 0 | 4.8 0 |
| | DIN 54336 炭化長 3秒 残炎時間 秒 残焼時間 秒 | 4.5 0 12.2 | 4.2 0 13.5 | 6.3 0 11.4 |
| | DIN 54336 炭化長 15秒 残炎時間 秒 残焼時間 秒 | 12.5 0 19.2 | 13.1 0 23.2 | 13.4 0 15.2 |
| | BS5438 Part2 炭化長 残炎時間 秒 残焼時間 秒 | 75 0 0 | 72 0 0 | 83 0 0 |

【0030】また、表5、表6に示す織規格 24/2 × 24/2 (80×59) の織物と、同等目付の市販の難燃コットン(プロパン加工品)とのそれぞれを用いて作業服の上着を作成し、実用工業洗濯試験を実施して、

その結果を表7にまとめた。

【0031】

【表7】

表7 ハロゲン含有繊維(b)55%／コットン45%と
難燃コットン(プロパン)の縫製品の実用工業洗濯試験結果

| | ハロゲン含有繊維55% コットン45% | | 難燃コットン100% (プロパン加工品) | | |
|------------|-----------------------------|-----------------------|---------------------------------|-----------------------|---------------------------------|
| | 洗濯前 | 35回洗濯後 | 洗濯前 | 35回洗濯後 | |
| 収縮率 (%) | 着丈 袖丈 肩幅 首周り 背幅 | — — — — — | 2.7 2.7 0.2 0.6 0.8 | — — — — — | 4.5 5.0 1.2 1.5 1.7 |
| 風合 | | ○ | ○ | △ | × |
| 色落 | | — | △ | — | × |
| パッカリング | | ○ | △ | ○ | × |

評価) ○…良
△…並
×…悪

【0032】

【発明の効果】以上のように、本発明に係る難燃性織物は、繰り返し高温洗濯でも難燃性を損なうことなく、ま

た、風合、外観の変化も極めて少なく、しかも収縮率の低い織物であり、繰り返し高温洗濯の機会の多い難燃性作業服の用途に好適に使用しうる。